

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 08120445  
PUBLICATION DATE : 14-05-96

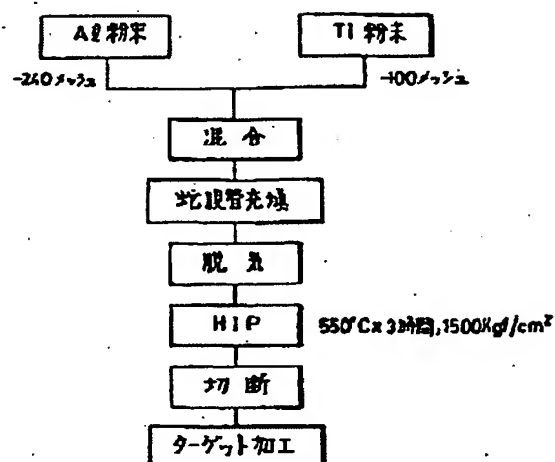
APPLICATION DATE : 17-10-94  
APPLICATION NUMBER : 06278297

APPLICANT : KOBE STEEL LTD;

INVENTOR : UCHIDA HIROYUKI;

INT.CL. : C23C 14/34 C22C 1/04 C22C 14/00  
C22C 21/00 C22F 1/04 C22F 1/18

TITLE : PRODUCTION OF  
TITANIUM-ALUMINUM ALLOY TARGET  
MATERIAL



ABSTRACT : PURPOSE: To produce a target material of high quality at a low cost capable of obtaining a uniform compsn. even in use utilizing the powdery mixture of metal powder, high in density after sintering and free from chipping.

CONSTITUTION: In the method for producing a Ti-Al alloy target material contg., by atom, 30 to 70% Ti, the one obtd. by mixing Ti powder of  $\leq 100$  meshes and Al or Al alloy powder of  $\leq 240$  meshes is used as a raw material. Then, as the same raw material powder, at least one kind of the powder of third elements selected from the group consisting of Si, B, Nb, Zr, Y and Ce may be added by  $\leq 10$  atomic% other than the same Ti powder and Al or Al alloy powder. This raw material powder is mixed, which is thereafter filled into a bellows capsule and is subjected to hot hydrostatic pressurizing treatment under the conditions of 500 to 600°C temp. and  $\geq 700$  kgf/cm<sup>2</sup> pressure, by which the Ti-Al alloy target material can be produced.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-120445

(43)Date of publication of application : 14.05.1996

(51)Int.Cl. C23C 14/34  
C22C 1/04  
C22C 14/00  
C22C 21/00  
C22F 1/04  
C22F 1/18

(21)Application number : 06-278297

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 17.10.1994

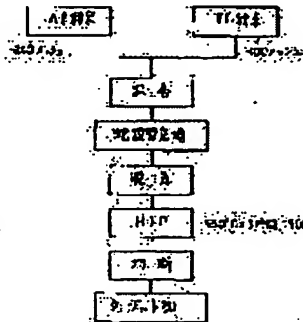
(72)Inventor : UCHIDA HIROYUKI

## (54) PRODUCTION OF TITANIUM-ALUMINUM ALLOY TARGET MATERIAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To produce a target material of high quality at a low cost capable of obtaining a uniform compsn. even in use utilizing the powdery mixture of metal powder, high in density after sintering and free from chipping.

**CONSTITUTION:** In the method for producing a Ti-Al alloy target material contg., by atom, 30 to 70% Ti, the one obtd. by mixing Ti powder of  $\leq 100$  meshes and Al or Al alloy powder of  $\leq 240$  meshes is used as a raw material. Then, as the same raw material powder, at least one kind of the powder of third elements selected from the group consisting of Si, B, Nb, Ta, Y and Ce may be added by  $\leq 10$  atomic% together than the same Ti powder and Al or Al alloy powder. This raw material powder is mixed, which is thereafter filled into a bellows capsule and is subjected to hot hydrostatic pressurizing treatment under the conditions of 500 to 600°C temp. and  $\geq 700$ kgf/cm<sup>2</sup> pressure, by which the Ti-Al alloy target material can be produced.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.06.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2860064

[Date of registration] 04.12.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention is [0002] about the manufacture method of the Ti-aluminum alloy target material used in case a cutting tool or a moving part is coated with the thin film excellent in abrasion resistance and oxidation resistance.

[Description of the Prior Art] The target material which used the Ti-aluminum system alloy is conventionally manufactured by the solution process and the powder method. Although the composition of a solution process is uniform, it is easy to generate a shrinkage cavity at the time of solidification, and there is a trouble of being easy to produce a crack at the time of sintering, and the yield is still worse. Moreover, cutting ability is also bad and a conversion cost can apply highly the target material obtained by this solution process only to quality articles from a bird clapper.

[0003] On the other hand, a powder target has two kinds, the case where an alloy powder is used, and when a metal powder is used. When using an alloy powder, there is the same problem as dissolution material, and a crack occurs at the time of sintering. Moreover, also with the thermal stress generated while in use, a crack occurs and it has become the cause of a trouble.

[0004] Moreover, the method of mixing metal powders and manufacturing a target by making this into a raw material has that a problem is in the homogeneity of composition, and low density, and has troubles -- it is easy to apply. For this reason, the solution process and the powder method which used the end of an alloy powder is recently used for manufacture of target material.

[0005] In addition, in manufacturing target material by these powder methods, after hot-rolling after carrying out hydrostatic-pressure pressure treatment (CIP) between the colds of the powder (hotpress HP) or carrying out CIP processing, hydrostatic-pressure pressure treatment (HIP) between heat is carried out.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, like the above-mentioned, the rate to which the target cost of materials occupies the powder method which used this solution process and the end of an alloy powder to per product piece is high, and the use is limited to quality articles from the bird clapper.

[0007] Moreover, when using as a raw material what mixed the metal powder, while the homogeneity of composition is bad like the above-mentioned, density is low and there are troubles -- it is easy to apply.

[0008] Furthermore, like before, when it sinters by CIP+HP or CIP+HP, by this method, density will be mostly determined in the state of CIP, and densification of target material cannot be attained. For this reason, membrane formation becomes impossible, when unusual electric discharge may occur while in use and the conventional target material does so through water, since density is low. For this reason, the conventional target material is used by carrying out bonding to a copper base, and while there is much exchange frequency for this reason, the use efficiency of a target has a fault of a low.

[0009] When this invention is made in view of this trouble and a metal powder is used, uniform composition is acquired, and it aims at offering the Ti-aluminum alloy target material by which the fault of density having been high and being easy to apply was canceled.

[0010]

[Means for Solving the Problem] The Ti-aluminum alloy target material concerning this invention is characterized by using as a raw material what mixed Ti powder of 100 or less meshes, aluminum of 240 or less meshes, or the end of aluminum alloy powder in the method of manufacturing the Ti-aluminum alloy target material which does 30-70 atom % content of Ti.

[0011] In this case, the performance of the coating film formed using it can be raised further further by adding the powder of at least one sort of 3rd elements chosen as the aforementioned raw material powder from the group which consists of Si, B, Nb, Cr, Y, and Ce out of the aforementioned Ti powder and aluminum powder below 10 atom %.

[0012] Target material can be obtained, when a bellows capsule is filled up with this after mixing the above-mentioned raw material powder in this invention, temperature performs 500-600 degrees C on two or more 700 kgf/cm conditions and a pressure performs hydrostatic-pressure pressure treatment between heat.

[0013]

[Function] It is required that the manufacturing cost of target material should be reduced without dropping on target material the performance of the coating film first formed [ 1st ] using it. Moreover, in order to improve the performance of the coating film further, it is also necessary to take adding the 3rd element into consideration.

[0014] From such a viewpoint, the invention-in-this-application person paid his attention to the method of manufacturing target material using the mixed-powder end of the mixed-powder end of Ti powder and the end of aluminum alloy powder or Ti powder,

and the end of aluminum alloy powder. However, about application of this raw material, homogenization and densification of composition are the factor which obstructs utilization. Conventionally, the cause of main that the powder which mixed this metal powder is not used as raw material powder originates in homogenization and densification of this composition being difficult. [0015] Naturally specific gravity differs and the main cause that homogenization of composition is not acquired depends both metal powders on that there is much dispersion in composition by mixed conditions for this reason. As a factor which influences this composition heterogeneity, although there were a powdered configuration and powdered grain size, as a result of the experiment research by the invention-in-this-application person, a powdered configuration does not have big influence to the ununiformity of composition, and it became clear that the influence by grain size is size. Then, as a result of an invention-in-this-application person's doing experiment research variously based on this knowledge, as compared with the grain size of Ti powder, the knowledge of the heterogeneity of composition being improvable was carried out by enlarging grain size in aluminum or the end of aluminum alloy powder.

[0016] A powdered grain size influences the sintering property also in the sintering process after mixture. Since the densification of target material was also one of the purposes in this invention, the particle size in aluminum which achieves the duty of a binder, or the end of aluminum alloy powder was suppressed small. This is based on the following reasons. If it is decided in the end of aluminum which is the low melting point, or aluminum alloy powder and sintering temperature exceeds 600 degrees C, aluminum or the end of aluminum alloy powder will fuse the temperature conditions of sintering. For this reason, although sintering temperature is made into 600 degrees C or less, grain size is made fine in order to make sintering temperature easy to deform also by the low case in this case at the time of HIP processing. For this reason, grain size was first optimized from a viewpoint of the both sides of homogenization of composition, and a sintering property. Consequently, for the obtained optimal grain size, aluminum powder is [ 240 or less meshes and Ti powder ] 100 or less meshes. aluminum or the end of aluminum alloy powder is made into 240 or less meshes for securing a degree of sintering. Moreover, grain size of Ti powder is made into 100 or less meshes because Ti powder needs to have aluminum or a twice [ about ] as many mean particle diameter as the grain size in the end of aluminum alloy powder because of homogenization of composition.

[0017] In order to fill up the crevice between Ti powder with aluminum powder and to acquire homogenization, it is necessary to make grain size of aluminum powder small. However, if aluminum powder is too fine not much, it will become difficult with rather heterogeneous composition that pack density does not go up and to fill the crevice between Ti powder according to the factor of a bird clapper etc. For this reason, Ti powder had aluminum and a twice [ in the end of aluminum alloy powder / about ] as many mean particle diameter as this.

[0018] Composition of Ti-aluminum alloy system target material was limited to the amount of Ti being 30 to 70 atom % for facing forming a nitride film using this target material, the hardness of a generation film becoming remarkably high rather than a TiN film within the limits of this, and abrasion resistance improving. That is, it is for making into sufficient thing the performance of the film formed using the target material of this invention, i.e., abrasion resistance.

[0019] Moreover, addition of the 3rd element, such as Si, B, Nb, ~~Cr~~Y, or Ce, is effective in preventing the oxidization in the elevated temperature of especially target material. Although these elements are independent, or two or more sorts can be compounded and it can add, if the addition exceeds 10 atom % in a total amount, a detrimental layer will be formed and abrasion resistance will deteriorate. For this reason, the upper limit of the addition was made into 10 atom % in the total amount.

[0020] Next, although it is necessary to carry out densification of the target material in order to avoid the problem applied at the time of machining of target material, for this reason, it is desirable that temperature performs 500-600 degrees C on two or more 700 kgf/cm conditions, and a pressure performs hydrostatic-pressure pressure treatment between heat. Thereby, densification of the target material manufactured by this invention is carried out remarkably. HIP conditions -- processing temperature: -- it is for making density of the target material after processing 99% or more that they are 500-600 degrees C and two or more welding-pressure: 700 kgf/cm. Thus, if densification of the target material is carried out, it will become possible, after using it for film formation to carry out water cooling of the target material, it will become possible to carry out the film formation process of the following order promptly after film formation, and the use efficiency of film formation equipment will improve. Moreover, the membrane formation speed expressed with the amount of laminatings per unit time improves by carrying out densification of the target material.

[0021] Like the raw material of this invention, it is very difficult for pack density to make low powder transform uniformly in a sintering process at the time of pressurization. In order to solve this technical problem, this invention used the accordion tube for the capsule which contains the end of mixed powder. The HIP itself impresses the force to material isotropic essentially. However, on the other hand in this invention, Mukai's force is given by using an accordion tube for a capsule in the end of mixed powder at the time of pressurization. Thereby, pack density can make the end of low mixed powder transform uniformly at the time of the pressurization of a sintering process, and the configuration of the obtained target material becomes uniform.

[0022]

[Example] Hereafter, the example of this invention is explained.

The target material from which a composition ratio with aluminum is set to example 1Ti with 1:1 was manufactured. The manufacturing process is shown in drawing 1. That is, aluminum powder of 240 meshes and Ti powder of 100 meshes were mixed, and it was filled up with this end of mixed powder in the accordion tube. Subsequently, HIP processing was carried out after deaerating the interior of an accordion tube. This HIP condition is temperature: 550 degree C, pressure: 1500 kgf/cm<sup>2</sup>, and holding-time: 3 hours. It cut after HIP processing and target processing was carried out.

[0023] A diameter is the pillar which is 130mm and the Plastic solid fabricated inside the accordion tube extracted the sample on

the line passing through a center in the head and pars basilaris ossis occipitalis of the pillar-like Plastic solid from the end section (position \*\*), a core (position \*\*), and the other end (position \*\*). Composition and density were measured based on this sample. The result is shown in the following table 1. Moreover, the microstructure photograph after sintering by HIP is shown in drawing 2.

[0024]

[Table 1]

採取位置	Ti量(原子%)	密度(g/cm <sup>3</sup> )	密度/理論密度(%)
頭部 ①	50.0	3.21	101.2
頭部 ②	49.9	3.21	101.2
頭部 ③	49.4	3.21	101.2
底部 ④	50.7	3.21	101.2
底部 ⑤	50.0	3.20	100.9
底部 ⑥	49.5	3.20	100.9

[0025] To the composition desired value of Ti being 50 atom %, measured value is in the range of 50 $\pm$ 0.7 atom %, and has become the composition range of dissolution material, and a homogeneous thing practically equal so that clearly from this table 1. Moreover, it hardly changes with the value (theoretical value) by which density was also calculated, but has become about 100%. Such the degree of homogeneousness and high density of composition appear also on the optical microscope organization which shows drawing 2. For this reason, also at the time of machining, the target material manufactured by this example did not carry out injury generating, but there was no problem of a leak. Moreover, membranous ability was also equivalent to dissolution material, and a manufacturing cost is 1/2 of dissolution material and the end material of an alloy powder, and was able to manufacture target material very quality at a low cost.

By the same method as example 2 example 1, target material was manufactured so that it might become composition of Ti;45 atom %, aluminum;45 atom %, and Cr; pentatomic %. The manufacture method is the same as that of what is shown in drawing 1, and the end of an aluminum-Cr alloy powder it manufactured by the gas atomizing method was used for it instead of aluminum powder of an example 1.

[0026] Composition and density of the Plastic solid after sintering by HIP are shown in the following table 2.

[0027]

[Table 2]

採取位置	Ti量(原子%)	Cr量(原子%)	密度/理論密度(%)
頭部 ①	45.1	5.2	100.7
頭部 ②	45.3	5.3	100.6
頭部 ③	44.9	5.1	100.3
底部 ④	44.9	5.1	100.5
底部 ⑤	45.3	5.4	100.7
底部 ⑥	45.7	5.0	100.6

[0028] As shown in this table 2, also in this example, the homogeneity of composition is good and density also showed the value almost near a logical value.

It investigated about the homogeneity of composition at the time of changing the particle size distribution in the mixed-powder end of example 3aluminum powder +Ti powder, and the degree of sintering. Grain size is taken for the result along a horizontal axis at drawing 3, and the range of fluctuation of Ti composition after sintering on a vertical axis is taken and shown. It set up so that the ratio of the mean particle diameter of aluminum powder and Ti powder might be set to 1:2. However, composition of target material is 50 atom %Ti-50 atom %aluminum.

[0029] It turns out that there is combination of the grain size optimal about the homogeneity of composition, and it is required for improvement in density to make grain size of aluminum powder into -240 meshes so that clearly from this drawing 3.

The result which measured the density after sintering with example 4 CIP+HIP material (the conventional method) and the HIP material (this invention method) using the accordion tube is shown in the following table 3. By this invention material, density of density of CIP+HIP material is improving to 100% to being 90%.

[0030]

[Table 4]

	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	密度/理論密度 (%)
比較法 (CIP+HIP)	2.86~2.95	89.4~91.9
本発明法 (蛇紋管HIP)	3.21~3.20	100.9~101.2

[0031]

[Effect of the Invention] As explained above, by using the target material manufactured by this invention, this invention enables it to manufacture quality Ti-aluminum alloy target material by the low cost, and it becomes applicable [ coating to a cutting tool a moving part, etc. ], and a scope is expanded and it becomes extensible [ the large life of a cutting tool and a moving part ]. Thus, this invention makes a great contribution in this kind of technical field.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the flow chart view showing the example method of this invention.

[Drawing 2] It is the photograph in which the metal texture by the optical microscope extracted from the sample is shown.

[Drawing 3] It is the graphical representation showing the relation between grain size and the range of fluctuation of Ti composition.

---

[Translation done.]

• NOTICES •

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture method of the Ti-aluminum alloy target material characterized by using as a raw material what mixed Ti powder of 100 or less meshes, aluminum of 240 or less meshes, or the end of aluminum alloy powder in the method of manufacturing the Ti-aluminum alloy target material which does 30-70 atom % content of Ti.

[Claim 2] The manufacture method of the Ti-aluminum alloy target material according to claim 1 characterized by adding the powder of at least one sort of 3rd elements chosen as the aforementioned raw material powder from the group which becomes from Si, B, Nb, Cr, Y, and Ce at the outside in the aforementioned Ti powder and aluminum, or the end of aluminum alloy powder below 10 atom %.

[Claim 3] The manufacture method of the Ti-aluminum alloy target material characterized by filling up a bellows capsule with this after mixing raw material powder according to claim 1 or 2, and for temperature performing 500-600 degrees C on two or more 700 kgf/cm conditions, and a pressure performing hydrostatic-pressure pressure treatment between heat.

---

[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-120445

(43) 公開日 平成8年(1996)5月14日

(51) Int.Cl.*	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34	A	8839-4K		
C 2 2 C 1/04	E			
	C			
14/00	Z			
21/00	Z			

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-278297

(22) 出願日 平成6年(1994)10月17日

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 内田 博幸

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号

株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

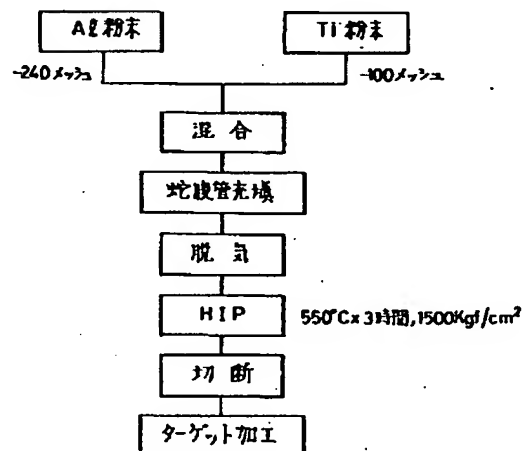
(74) 代理人 弁理士 藤巻 正憲

(54) 【発明の名称】 Ti-Al合金ターゲット材の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 金属粉末の混合粉末を原料として使用した場合にも均一な組成が得られ、焼結後の密度が高く、かけたりすることがなく、高品質のターゲット材を低コストで製造することができるTi-Al合金ターゲット材の製造方法を提供する。

【構成】 Tiを30～70原子%含有するTi-Al合金ターゲット材を製造する方法において、100メッシュ以下のTi粉末と240メッシュ以下のAl又はAl合金粉末とを混合したものを原料として使用する。そして、前記原料粉末に前記Ti粉末及びAl又はAl合金粉末の外に、Si、B、Nb、Cr、Y及びCeからなる群から選択された少なくとも1種の第3元素の粉末を10原子%以下添加することができる。この原料粉末を混合した後、これを蛇腹カプセルに充填し、温度が500～600℃、圧力が700kgf/cm<sup>2</sup>以上の条件で熱間静水圧加圧処理を行うことにより、Ti-Al合金ターゲット材を製造することができる。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Tiを30～70原子%含有するTi-A1合金ターゲット材を製造する方法において、100メッシュ以下のTi粉末と240メッシュ以下のA1又はA1合金粉末とを混合したものを原料とすることを特徴とするTi-A1合金ターゲット材の製造方法。

【請求項2】 前記原料粉末に前記Ti粉末及びA1又はA1合金粉末の外に、Si、B、Nb、Cr、Y及びCeからなる群から選択された少なくとも1種の第3元素の粉末を10原子%以下添加したことを特徴とする請求項1に記載のTi-A1合金ターゲット材の製造方法。

【請求項3】 請求項1又は2に記載の原料粉末を混合した後、これを蛇腹カプセルに充填し、温度が500～600℃、圧力が700kgf/cm<sup>2</sup>以上の条件で熱間静水圧加圧処理を行うことを特徴とするTi-A1合金ターゲット材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、耐摩耗性及び耐酸化性が優れた薄膜を、切削工具又は摺動部品等にコーティングする際に使用されるTi-A1合金ターゲット材の製造方法に関する

## 【0002】

【従来の技術】Ti-A1系合金を使用したターゲット材は、従来、溶解法と粉末法により製造されている。溶解法は組成が均一であるが、凝固時に引け巣が発生しやすく、また焼結時に割れが生じやすいという問題点があり、更に歩留まりが悪い。また、この溶解法により得られたターゲット材は、切削性も悪く、加工費が高くなることから、高級品にしか適用できない。

【0003】一方、粉末ターゲットは合金粉を用いる場合と、金属粉を用いる場合の二通りがある。合金粉を利用する場合は、溶解材と同様の問題があり、焼結時に割れが発生する。また、使用中に発生する熱応力によっても割れが発生し、トラブルの原因となっている。

【0004】また、金属粉末同士を混合し、これを原料としてターゲットを製造する方法は、組成の均一性に問題があること、密度が低く、かけやすい等の問題点がある。このため、近時、ターゲット材の製造には、溶解法か、合金粉末を使用した粉末法が使用されている。

【0005】なお、これらの粉末法によりターゲット材を製造する場合には、粉末を冷間静水圧加圧処理(CIP)した後、熱間圧延(ホットプレスHP)するか、又はCIP処理した後、熱間静水圧加圧処理(HIP)する。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前述の如く、この溶解法及び合金粉末を使用した粉末法は、ターゲット材料費が製品一個当たりに占める割合が高くな

2

ることから、その使用が高級品に限定されている。

【0007】また、金属粉末を混合したものを原料とする場合には、前述の如く、組成の均一性が悪いと共に、密度が低く、かけやすい等の問題点がある。

【0008】更に、従来のように、CIP+HP又はCIP+HPで焼結した場合、この方法では、CIPの状態では密度が決定されてしまい、ターゲット材の高密度化が達成できない。このため、従来のターゲット材は密度が低いことから、水を通して使用中に異常放電が発生したりすることがあり、そうすると成膜ができなくなる。このため、従来のターゲット材は銅基盤にボンディングすることにより使用しており、このため交換頻度が多いと共に、ターゲットの使用効率が低いという欠点を有する。

【0009】本発明はかかる問題点に鑑みてなされたものであって、金属粉末を使用した場合にも均一な組成が得られ、密度が高く、かけやすいという欠点が解消されたTi-A1合金ターゲット材を提供することを目的とする。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明に係るTi-A1合金ターゲット材は、Tiを30～70原子%含有するTi-A1合金ターゲット材を製造する方法において、100メッシュ以下のTi粉末と240メッシュ以下のA1又はA1合金粉末とを混合したものを原料とすることを特徴とする。

【0011】この場合に、前記原料粉末に前記Ti粉末及びA1粉末の外に、Si、B、Nb、Cr、Y及びCeからなる群から選択された少なくとも1種の第3元素の粉末を10原子%以下添加することにより、それを使用して形成したコーティング膜の性能を更に一層向上させることができる。

【0012】本発明においては、上記原料粉末を混合した後、これを蛇腹カプセルに充填し、温度が500～600℃、圧力が700kgf/cm<sup>2</sup>以上の条件で熱間静水圧加圧処理を行うことにより、ターゲット材を得ることができる。

## 【0013】

【作用】ターゲット材には、先ず第1に、それを使用して形成したコーティング膜の性能を落とさずに、ターゲット材の製造コストを低減することが要求される。また、そのコーティング膜の性能を更に向上するために、第3元素を添加することも考慮する必要がある。

【0014】このような観点から、本願発明者は、Ti粉末とA1合金粉末との混合粉末又はTi粉末とA1合金粉末との混合粉末を使用してターゲット材を製造する方法に着目した。しかし、この原料の適用については、組成の均質化と高密度化が実用化を阻む要因となっている。従来、この金属粉末を混合した粉末が原料粉末として利用されていない主原因はこの組成の均質化及び高密

3

度化が困難であることに起因する。

【0015】組成の均質化が得られない主たる原因は、両金属粉末は当然に比重が異なり、このため混合条件によって組成のばらつきが多いことによる。この組成不均質に影響する因子として、粉末の形状及び粒度があるが、本願発明者による実験研究の結果、粉末の形状は組成の不均一に対して大きな影響はなく、粒度による影響が大であることが判明した。そこで、この知見に基づき、本願発明者が種々実験研究した結果、Ti粉末の粒度に比して、Al又はAl合金粉末の粒度を大きくすることにより、組成の不均質を改善することができることを知見した。

【0016】粉末の粒度は、混合後の焼結工程においても、その焼結特性に影響する。本発明においてはターゲット材の高密度化も目的の一つであることから、バインダーの役目を果たすAl又はAl合金粉末の粒径を小さく抑制した。これは以下の理由による。焼結の温度条件は低融点であるAl又はAl合金粉末で決まり、焼結温度が600℃を超えると、Al又はAl合金粉末が溶融してしまう。このため、焼結温度は600℃以下にするが、この場合に焼結温度が低い場合でもHIP処理時に変形しやすくするために、粒度を細かくする。このため、まず、組成の均質化及び焼結特性の双方の観点から、粒度の最適化を行った。その結果、得られた最適粒度が、Al粉末が240メッシュ以下、Ti粉末が100メッシュ以下である。Al又はAl合金粉末を240メッシュ以下とするのは、焼結性を確保するためである。また、Ti粉末の粒度を100メッシュ以下とするのは、組成の均質化のために、Ti粉末はAl又はAl合金粉末の粒度の約2倍の平均粒径を持つことが必要であるからである。

【0017】Ti粉末の隙間をAl粉末で充填し均質化を得るため、Al粉末の粒度を小さくする必要がある。しかし、Al粉末があまり細か過ぎると充填密度があげられないこと、Ti粉末のすき間を埋めることが困難となること等の要因によりかえって不均質な組成となる。このため、Ti粉末はAl及びAl合金粉末の約2倍の平均粒径をもつようにした。

【0018】Ti-Al合金系ターゲット材の組成をTi量が30~70原子%であることに限定したのは、このターゲット材を使用して窒化物膜を形成するに際し、生成膜の硬さがこの範囲内でTiN膜よりも著しく高くなり、耐摩耗性が向上するためである。即ち、本発明のターゲット材を使用して形成する膜の性能、即ち、耐摩耗性を十分なものとするためである。

【0019】また、Si、B、Nb、Cr、Y又はCe等の第3元素の添加は、特にターゲット材の高温での酸化を防止するのに有効である。これらの元素は単独で、又は複数種を複合して添加することができるが、その添

4

加量が総量で10原子%を超えると、有害層が形成され、耐摩耗性が劣化する。このため、その添加量の上限を総量で10原子%にした。

【0020】次に、ターゲット材の機械加工時のかけの問題を回避するために、ターゲット材を高密度化する必要があるが、このために、温度が500~600℃、圧力が700kgf/cm<sup>2</sup>以上の条件で熱間静水圧加圧処理を行うことが好ましい。これにより、本発明により製造されるターゲット材は著しく高密度化される。HIP条件が処理温度：500~600℃、加圧力：700kgf/cm<sup>2</sup>以上であるのは、処理後のターゲット材の密度を99%以上にするためである。このようにターゲット材が高密度化されると、膜形成に使用した後、ターゲット材を水冷することが可能となり、膜形成後に次順の膜形成工程を速やかに実施することが可能となり、膜形成装置の使用効率が向上する。また、ターゲット材を高密度化することにより、単位時間当たりの積層量で表す成膜速度が向上する。

【0021】本発明の原料のように、充填密度が低い粉末を、焼結工程において加圧時に均一に変形させることは極めて困難である。この課題を解決するために、本発明は混合粉末を収納するカプセルに蛇腹管を使用した。HIP自体は、本来的に材料に等方的に力を印加する。しかし、本発明においては、カプセルに蛇腹管を使用することにより、加圧時に混合粉末に一方方向の力を付与するようにする。これにより、充填密度が低い混合粉末を焼結工程の加圧時に均一に変形させることができ、得られたターゲット材の形状が均一になる。

【0022】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。

実施例1

TiとAlとの組成比が1:1となるターゲット材を製造した。その製造工程を図1に示す。即ち、240メッシュのAl粉末と、100メッシュのTi粉末とを混合し、この混合粉末を蛇腹管内に充填した。次いで、蛇腹管内部を脱気した後、HIP処理した。このHIP条件は、温度：550℃、圧力：1500kgf/cm<sup>2</sup>、保持時間：3時間である。HIP処理後、切断し、ターゲット加工した。

【0023】蛇腹管内部で成形された成形体は、直径が130mmの円柱であり、その円柱状成形体の頭部と底部において、中心を通る線上で、一端部（位置①）と、中心部（位置②）と、他端部（位置③）とから試料を採取した。この試料を基に組成及び密度を測定した。その結果を下記表1に示す。また、HIPによる焼結後のミクロ組織写真を図2に示す。

【0024】

【表1】

採取位置	Ti量(原子%)	密度(g/cm <sup>3</sup> )	密度/理論密度(%)
頭部 ①	50.0	3.21	101.2
頭部 ②	49.9	3.21	101.2
頭部 ③	49.4	3.21	101.2
底部 ④	50.7	3.21	101.2
底部 ⑤	50.0	3.20	100.9
底部 ⑥	49.5	3.20	100.9

【0025】この表1から明らかなように、Tiの組成目標値は50原子%であるのに対し、測定値は50±0.7原子%の範囲にあり、溶解材の組成範囲と大差なく、均質なものとなっている。また、密度も計算された値(理論値)とほとんど変わらず、ほぼ100%となっている。このような組成の均質性及び高密度は、図2に示す光学顕微鏡組織上にも表われている。このため、本実施例により製造されたターゲット材は機械加工時にもかけが発生せず、水漏れの問題もなかった。また、膜性能も溶解材と同等であり、製造コストは溶解材及び合金粉末材の1/2であり、極めて低コストで高品質のター

\*ゲット材を製造することができた。

#### 実施例2

実施例1と同様の方法で、Ti:45原子%、Al:45原子%、Cr:5原子%の組成になるように、ターゲット材を製造した。製造方法は、図1に示すものと同じであり、実施例1のAl粉末の替わりに、ガスアトマイズ法により製造したAl-Cr合金粉末を使用した。

【0026】HIPによる焼結後の成形体の組成及び密度を下記表2に示す。

#### 【0027】

【表2】

採取位置	Ti量(原子%)	Cr量(原子%)	密度/理論密度(%)
頭部 ①	45.1	5.2	100.7
頭部 ②	45.3	5.3	100.6
頭部 ③	44.9	5.1	100.3
底部 ①	44.9	5.1	100.5
底部 ②	45.3	5.4	100.7
底部 ③	45.7	5.0	100.6

【0028】この表2に示すように、本実施例においても、組成の均一性が良好であり、密度もほぼ理論値に近い値を示していた。

#### 実施例3

Al粉末+Ti粉末の混合粉末の粒度分布を変えた場合の組成の均質性及び焼結性について調べた。その結果を図3に横軸に粒度をとり、縦軸に焼結後のTi組成の変動幅をとって示す。Al粉末とTi粉末との平均粒径の比が1:2となるように設定した。但し、ターゲット材の組成は、50原子%Ti-50原子%Alである。

【0029】この図3から明らかなように、組成の均一※

※性については最適な粒度の組み合わせがあることがわかり、密度の向上にはAl粉末の粒度を-240メッシュにすることが必要である。

#### 実施例4

CIP+HIP材(従来方法)と、蛇腹管を用いたHIP材(本発明方法)との焼結後の密度を比較した結果を下記表3に示す。CIP+HIP材の密度は90%であるのに対し、本発明材では100%まで密度が向上している。

#### 【0030】

【表4】

	密度(g/cm <sup>3</sup> )	密度/理論密度(%)
比較法(CIP+HIP)	2.86~2.95	89.4~91.9
本発明法(蛇腹管HIP)	3.21~3.20	100.9~101.2

【0031】

★50★【発明の効果】以上説明したように、本発明により、低

コストで、高品質のTi-Al合金ターゲット材を製造することが可能となり、この本発明により製造したターゲット材を使用することにより、切削工具及び摺動部品等へのコーティングの適用が可能となつて、適用範囲が拡大され、切削工具及び摺動部品の大幅な寿命の延長が可能となる。このように、本発明はこの種の技術分野において、多大の貢献をなす。

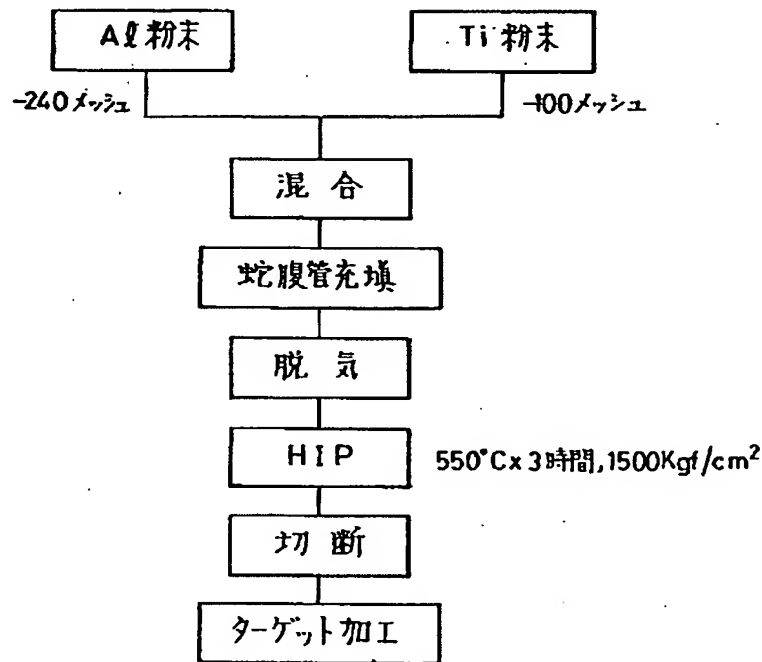
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例方法を示すフローチャート図である。

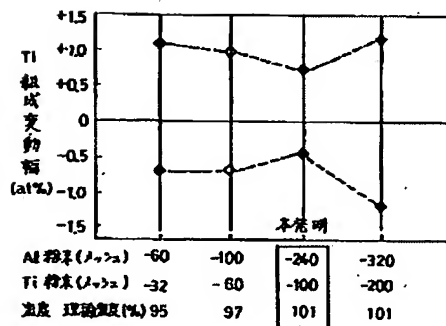
【図2】試料から採取した光学顕微鏡による金属組織を示す写真である。

【図3】粒度とTi組成の変動幅との関係を示すグラフ図である。

【図1】



【図3】

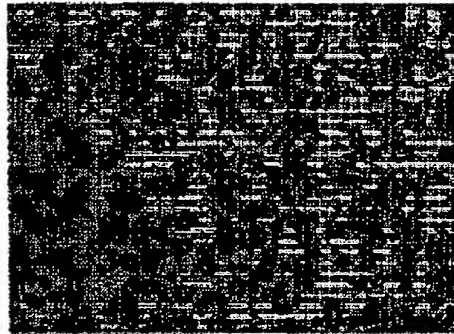


(6)

特開平8-120445

【図2】

図面代用写真



— 400  $\mu$

写真

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C22F 1/04  
1/18

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

A  
H